

## PRODUCTION OF POLARIZING FILM HAVING SUPERIOR DURABILITY

Patent number: JP2253204  
Publication date: 1990-10-12  
Inventor: TSUMURA YUSUKE; others: 02  
Applicant: NIPPON SYNTHETIC CHEM IND CO LTD:THE  
Classification:  
- international: G02B5/30  
- european:  
Application number: JP19890076295 19890327  
Priority number(s):

### Abstract of JP2253204

**PURPOSE:**To obtain a polarizing film having superior durability by using PVA resin having a high degree of polymn. and stretching a film of the PVA resin so that the width of the film is reduced at a specified rate.

**CONSTITUTION:**A film of PVA resin having such a high degree of polymn. as  $\geq 2,600$  average polymn. degree is formed, dyed with iodine, uniaxially stretched and treated with a boron compd. to produce a polarizing film. In the stretching stage, the film is uniaxially stretched so that the width of the film after stretching is regulated to  $\leq 60\%$  of the width of the film before stretching. A polarizing film having improved durability at high temp. and humidity and maintaining its degree of polarization even when allowed to stand over a long period of time is obtd. By utilizing such characteristics, the polarizing film is used for a liq. crystal display body especially useful for vehicles, various industrial instruments and household electrical appliances.

---

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide

【物件名】

刊行物 3

【添付書類】



刊行物 3

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-253204

⑬ Int. Cl.

G 02 B 5/30

識別記号

庁内整理番号

7348-2H

⑭ 公開 平成2年(1990)10月12日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 耐久性の優れた偏光フィルムの製造法

⑯ 特 願 平1-76295

⑰ 出 願 平1(1989)3月27日

⑱ 発 明 者 津 村 雄 右 大阪府大阪市西区南堀江4-7-1201

⑲ 発 明 者 登 藤 賢 彦 大阪府大阪市城東区放出西3-15-23 カルムイン城東  
421号

⑳ 発 明 者 川 口 誠 也 大阪府枚方市香里ヶ丘8-31-1

㉑ 出 願 人 日本合成化学工業株式 大阪府大阪市北区野崎町9番6号  
会社

明 細 書

1. 発明の名称

耐久性の優れた偏光フィルムの製造法

2. 特許請求の範囲

平均重合度2000以上のポリビニルアルコール系樹脂フィルムを製造し、ヨウ素染色液一輪延伸するかヨウ素染色と一輪延伸を同時に行うか一輪延伸後ヨウ素染色したのち、次いで中ウ系化合物で処理して偏光フィルムを製造するに当たり、該延伸工程において延伸後のフィルム巾が延伸前のフィルム巾の80%以下になるように、一輪延伸することを特徴とする耐久性の優れた偏光フィルムの製造法。

3. 発明の詳細な説明

【産業上の利用分野】

本発明は耐久性に優れ且つ高偏光度を有する偏光フィルムの製造法に関する。

【従来の技術】

近年、車上電子計算機、電子時計、ワープロ、自転車や機械類の計器類等に液晶表示装置が用いられ、これに伴い偏光板の需要も増大している。特に、計器類や台所まわりの家電電化製品においては苛酷な条件下で使用される場合が多いので高耐久性及び高偏光度のフィルムが要請されるのである。

現在、知られている代表的な偏光フィルムの一つにポリビニルアルコール系フィルムにヨウ素を染色させたものと染料を染色させたものがあり、これはポリビニルアルコールの水溶液を製造し、これを一輪延伸させて染色するか、染色した後一輪延伸してから、好ましくは中ウ系化合物で耐久化処理を行うことによって製造されている。

【発明が解決しようとする課題】

しかし、上記のポリビニルアルコール系偏光フィルムの場合、ヨード染色品は偏光性能は良好であるが耐湿性や耐熱性が劣り、高湿度雰囲気下や高熱雰囲気下におかれると偏光度の低下いわゆる耐久性が劣る懸点があり、一方染料染色品は逆に偏光性能は劣るが耐久性は優れているという利点を持っている。

このようにポリビニルアルコール系偏光フィルムは一長一短があるので、その最終用途の必要性能に応じて適宜使い分けることが必要なくされるのが実情である。

従って、偏光性能と耐久性のいずれもが優れたポリビニルアルコール系偏光フィルムが開発出来れば、その用途の拡大を含めて産業上極めて有用であると言える。

#### 【課題を解決するための手段】

本発明者等はかかる課題を解決すべく鋭意研究を重ねた結果、平均重合度が2600以上の高重合度ポリビニルアルコール系偏光フィルムを製造し、ヨウ素染色液一軸延伸するかヨウ素染色液と一軸延伸とを同時に行うが一軸延伸後ヨウ素染色したのち、次いでホウ素化合物で処理することにより偏光フィルムを製造するに当たり、上記の延伸工程において延伸後のフィルム巾が延伸前のフィルム巾の60%以下となるように一軸延伸する場合、目的が達成できることを見だし本発明を完成するに至った。

本発明のかかる効果は上記したようにポリビニルアルコールとして高重合度品を用いること、特定の延伸条件を採用することによって得られるものである。以下本発

明を具体的に説明する。

本発明の偏光フィルムは、ポリビニルアルコール系偏光フィルムの一軸延伸フィルムである。ポリビニルアルコールは通常、酢酸ビニルを重合したポリ酢酸ビニルをケン化して製造されるが、本発明では必ずしもこれに限定されるものではなく、少量の不飽和カルボン酸（塩、エステル、アミド、ニトリル等を含む）、オレフィン類、ビニルエーテル類、不飽和スルホン酸塩等、酢酸ビニルと共重合可能な成分を含有していても良い。ポリビニルアルコールにおける平均ケン化度は85～100モル%好ましくは98～100モル%が実用的である。

本発明の効果を得るためには平均重合度が2600以上、好ましくは3500～6000が有利である。2600未満では顕著な効果は得難い。該ポリビニルアルコールは公知の方法に従って製造される。ポリビニルアルコールを水、有機溶剤、水／有機溶剤混合溶剤等に溶解し、濃縮する方法が一般的である。濃縮の濃度は5～20重量%程度が実用的である。その他ポリビニルアルコールの溶液を凝固浴中に導入してフィルム化するいわゆるゲル製法等も実施可能である。原反フィルムとしてそ

の膜厚は40～120μが適当である。

上記の原反フィルムを延伸及び染色、ホウ素化合物処理して偏光フィルムを製造する。即ちポリビニルアルコール原反フィルムを延伸してヨウ素染色するか、延伸と染色を同時に行うか、ヨウ素染色して延伸した後ホウ素化合物処理するのである。

いずれの手段を実施するにしても、本発明では延伸過程において延伸後のフィルム巾が延伸前のフィルム巾の60%以下、好ましくは40～55%になるように一軸延伸しなければならない。このようにフィルム巾方向の長さの減少率を、かかる特定の範囲に規定することによって偏光性能と耐久性の向上が同時に達成できるのである。従来ポリビニルアルコールフィルムの一軸延伸では、むしろ生産性の観点からフィルム巾方向の収縮を出来る限り防止しようとするのが普通であるが、本発明ではかかる従来の技術とは逆に巾方向の収縮を特定の範囲にコントロールする点に、大きな特徴が存在するのである。かかる範囲に延伸するにはロール延伸、テンター延伸等が任意に実施されるが、通常は前者が行われる。ロール延伸は一段式、多段式のいずれも実施可能である。収縮

を50%以下にするためには延伸ロール間の距離をかなり長く設定する等の工夫がされる。延伸と染色は別々に行っても同時に行っても良い。別々に行なう場合、延伸と染色の順序も任意である。延伸は一軸方向に4倍以上好ましくは8倍以上延伸することが望ましい。延伸時の温度条件は50～130℃でから選ぶのが普通である。

フィルムへのヨード染色つまり偏光素子の吸着はフィルムに偏光素子を含有する媒体を接触させることによって行なわれる。通常はヨウ素—ヨウ化カリの水溶液が用いられ、ヨウ素の濃度は0.1～2g/l、ヨウ化カリの濃度は10～50g/l、ヨウ素／ヨウ化カリの重量比は20～100が適当である。染色時間は30～500秒程度が実用的である。水溶液以外に水と相溶性のある有機溶媒を少量含有させても差し支えない。

接触手段としては浸漬が好ましいが、塗布、噴霧等の任意の手段も適用出来る。

延伸及び染色の終了したフィルムは次いでホウ素化合物によって処理される。ホウ素化合物としてはホウ酸、ホウ砂が実用的である。ホウ素化合物は水溶液又は水—有機溶媒混合液の形で濃度0.5～2モル/l程度で用いら

れ、液中には少量のヨウ化カリを共存させるのが実用上望ましい。処理法は浸漬法が望ましいが勿論蒸気法、噴霧法も実施可能である。処理時の温度は50〜70℃程度、処理時間は5〜20分程度が好ましく、又必要に応じて処理中に、あるいは処理後に延伸操作を行っても良い。

このようにして得られた偏光フィルムは、その両面あるいは片面に光学透明度と機械的強度に優れた保護膜を貼合、乾燥して偏光板として使用される。保護膜としては従来から知られているセルロースアセテート系フィルム、アクリル系フィルム、ポリエステル系樹脂フィルム、ポリオレフィン系樹脂フィルム、ポリカーボネート系フィルム、ポリエーテルエーテルケトン系フィルム、ポリスルホン系フィルムが挙げられる。

#### 〔作 用〕

本発明の偏光フィルムは高温、高湿状態での耐久性が改善され長期放置してもその偏光度が低下しない。かかる特性を利用して液晶表示体の用途に用いられ、特に車用用途、各種工業計器類、家庭用電化製品の表示等に有用である。

でホウ酸60g/l、ヨウ化カリ30g/lの組成の水溶液に浸漬すると共に、同時に6倍に伸延倍しつつ5分間にわたってホウ酸処理を行った。最後に室温で24時間乾燥した。得られたフィルムの厚さは25μ、巾は5cmでフィルム巾の減少率(以下単に減少率と略記する)は50%であった。該フィルムの両面にポリビニルアルコール水溶液を接着剤として用いて厚さ80μのトリアセチルセルロースを貼合し50℃で乾燥して偏光板を得た。この偏光板の単体透過率は43.05%、偏光度は99.89%であった。更にこのフィルムを80℃、相対湿度90%の雰囲気中に20日間放置した後同様の測定を行ったところ単体透過率は43.08%、偏光度は99.43%であった。

又、80℃でドライ雰囲気下で20日間放置して、耐熱テストを行ったところ、単体透過率は43.05%、偏光度は99.87%であった。

#### 対照例1

平均重合度1700、平均ケン化度99.8モル%のポリビニルアルコールを用いて実施例1と同一の実験を行った。

#### 〔実施例〕

次に実施例をあげて本発明の偏光フィルムを更に詳しく説明する。

尚、本発明で言う偏光度は

$$\sqrt{(H_{11}-H_{22})/(H_{11}+H_{22})}$$
で示され、 $H_{11}$ は2枚の偏光フィルムサンプルの重ね合わせ時において、偏光フィルムの配向方向が同一方向になる様に重ね合わせた状態で分光光度計を用いて測定した値、 $H_{22}$ は2枚のサンプルの重ね合わせ時において、偏光フィルムの配向方向が互いに直交する方向になる様に重ね合わせた状態で測定した値である。

#### 実施例1

平均重合度3800、平均ケン化度99.5モル%のポリビニルアルコールを水に溶解し、5.0重量%濃度の水溶液を得た。該液をポリエチレンテトラレートフィルム上に流延後、乾燥して厚さ60μのフィルムを得た。このフィルムを10cm巾に切断しチャックに装着した。

該フィルムをヨウ素0.2g/l、ヨウ化カリ50g/lよりなる水溶液中に30℃にて120秒浸漬し、つい

製造直後の偏光板の単体透過率は43.19%、偏光度は99.14%であり、80℃、相対湿度90%、放置日数20日間後の単体透過率は44.83%、偏光度は95.89%であった。

耐熱テスト後の単体透過率は44.82%、偏光度は95.87%であった。

#### 対照例2

フィルム巾の減少率を70%に変更した以外は実施例1と同じ実験をした。製造直後の単体透過率は43.26%、偏光度は99.36%、80℃、相対湿度90%、放置日数20日間後の単体透過率は44.88%、偏光度は97.96%であった。耐熱テスト後の単体透過率は44.87%、偏光度は97.64%であった。

#### 実施例2

平均重合度4600、平均ケン化度99.3モル%のポリビニルアルコールを用いた以外は実施例1と同一の実験を行った。製造直後の偏光板の単体透過率は44.05%、偏光度99.78%であり、80℃、相対湿度90%、放置日数20日間後の単体透過率は44.88%、偏光度は97.45%であった。耐熱テスト後の単体透

特開平2-253204 (4)

通率は44.05%、偏光度は99.76%であった。

実施例3

実施例1において既述して得られた厚さ80μのフィルムをつづいて110℃にて一軸方向に4倍延伸した。フィルムの中の減少率は7.0%であった。延伸フィルムをチャックに装着し実施例1と同じ組成のヨウ素液、ホウ酸液中でそれぞれ240秒、5分間処理しつつ、更に1.5倍の再延伸を行った。得られた偏光フィルムの巾の減少率は5.2%であった。以下実施例1と同様にして偏光板を製造した。該偏光板の製造直後の単体透過率は44.17%、偏光度は99.35%、80℃、相対湿度90%、放置日数20日間後の単体透過率は45.50%、偏光度は98.04%であった。耐熱テスト後の単体透過率は44.17%、偏光度は99.34%であった。

実施例4～5

実施例1においてフィルムの巾の減少率を4.6%〔8.5倍延伸〕〔実施例4〕及び5.3%〔5.4倍延伸〕〔実施例5〕に変更した以外は同じ実験を行った。結果は次のとおりであった。

実施例4

実施例5

	単体透過率	偏光度	単体透過率	偏光度
製造直後	43.14%	99.39%	43.24%	99.23%
耐熱テスト後	43.74%	99.45%	44.63%	98.74%
耐熱テスト後	43.14%	99.87%	43.24%	99.22%

〔効果〕

本発明では高重合度のポリビニルアルコール系樹脂を使用し、かつ該樹脂フィルムを延伸する際にフィルムの巾の減少率を特定の範囲に規定することによって、耐久性の優れた偏光フィルムが得られる。

特許出願人 日本合成化学工業株式会社